

**DEVICE FOR PULLING UP SINGLE CRYSTAL**

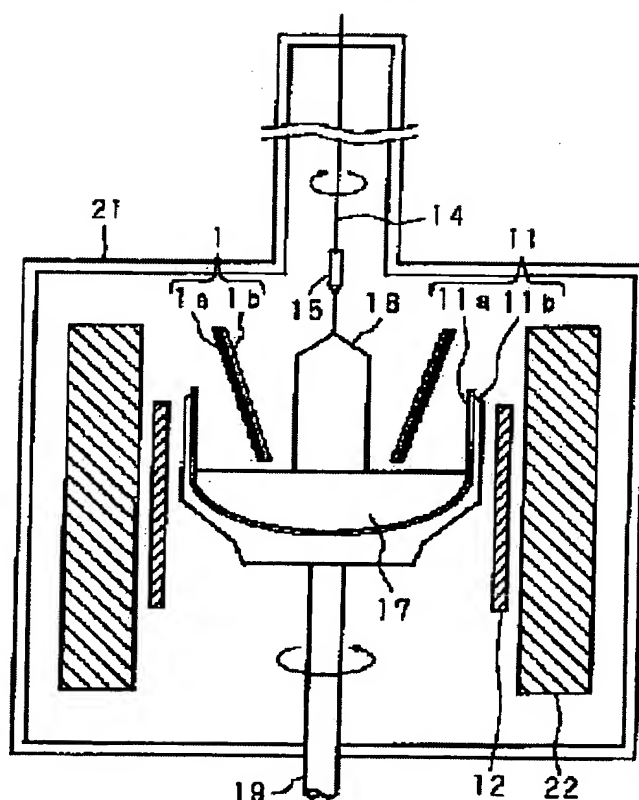
**Patent number:** JP8325090  
**Publication date:** 1996-12-10  
**Inventor:** INAMI SHUICHI, FUJIWARA TOSHIYUKI, FUJIWARA HIDEKI  
**Applicant:** SUMITOMO METAL IND  
**Classification:**  
- **international:** (IPC1-7): C30B15/00, C30B15/14, C30B29/06, H01L21/208  
- **europaen:**  
**Application number:** JP19950130769, 19950529  
**Priority number(s):** JP19950130769, 19950529

Report a data error here

**Abstract of JP8325090**

**PURPOSE:** To enhance the effect of shielding the radiation heat of a crucible and heater on a single crystal by heating shielding jigs.

**CONSTITUTION:** The structures of the heating shielding jigs to be disposed between the single crystal 16 and the crucible 11 are formed of multilayered structures formed by covering base materials 1a of graphite, etc., having heat resistance in the temp. region of the radiation heat, with covering materials 1b of quartz, etc., having heat resistance in the temp. region of the radiation heat and having radiation rate smaller than the emissivity of the base materials 1a on the side facing the single crystal 16.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USP)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-325090

(43) 公開日 平成8年(1996)12月10日

| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号  | F I            | 技術表示箇所  |
|---------------------------|-------|---------|----------------|---------|
| C 3 0 B 15/00             |       |         | C 3 0 B 15/00  | Z       |
| 15/14                     |       |         | 15/14          |         |
| 29/06                     | 5 0 2 | 7202-4G | 29/06          | 5 0 2 F |
| // H 0 1 L 21/208         |       |         | H 0 1 L 21/208 | P       |

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-130769

(22) 出願日 平成7年(1995)5月29日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 稲見 修一

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

(72) 発明者 藤原 俊幸

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

(72) 発明者 藤原 秀樹

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

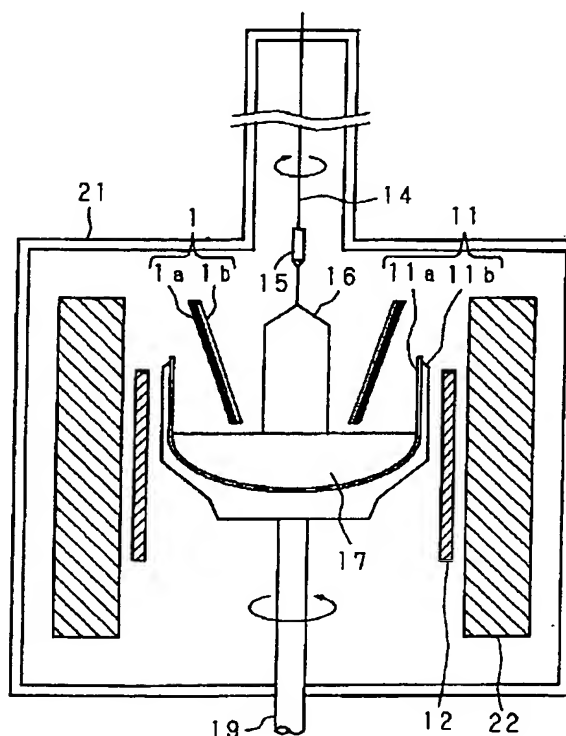
(74) 代理人 弁理士 河野 登夫

(54) 【発明の名称】 単結晶引上装置

(57) 【要約】

【目的】 熱遮蔽治具による単結晶への坩堝及びヒータの輻射熱の遮断効果を上げる。

【構成】 単結晶16と坩堝11との間に配設する熱遮蔽治具1の構造を、輻射熱の温度域における耐熱性を有する黒鉛等の母材1aを、輻射熱の温度域における耐熱性を有するとともに、単結晶16に面する側を、母材1aより小さい輻射率を有する石英等の被覆材1bで覆った多層構造とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 坩堝をその外壁からヒータで加熱して坩堝内の多結晶原料を溶融し、引上軸に固定した種結晶の先端を多結晶原料の溶融液に浸して引上軸を回転させて引き上げながら種結晶の下端に単結晶を成長させるとともに、単結晶と、溶融液の液面から上に露出している坩堝との間に、単結晶へのヒータ及び坩堝からの輻射熱を遮断する熱遮蔽治具が配されてなる単結晶引上装置において、前記熱遮蔽治具は、前記輻射熱の温度域における耐熱性を有する第 1 の素材が、第 1 の素材より輻射率が小さい第 2 の素材により被覆されている層構造であることを特徴とする単結晶引上装置。

【請求項 2】 前記熱遮蔽治具は第 1 の素材を第 2 の素材で被覆した 2 層構造であり、第 2 の素材の層が単結晶に面して配されてなる請求項 1 記載の単結晶引上装置。

【請求項 3】 前記 2 層構造が、急冷すべき単結晶の高さ位置に面して配される第 1 の素材の一部を第 2 の素材により被覆した構造である請求項 2 記載の単結晶引上装

$$\rho_s \cdot L \cdot v_s = \lambda_s \cdot \frac{\partial T_s}{\partial z} - \lambda_f \cdot \frac{\partial T_f}{\partial z} \quad \dots(1)$$

ここで、

$\rho_s$  : 結晶の密度

$L$  : 凝固の潜熱

$v_s$  : 凝固速度=引上速度

【0004】 通常よく制御された結晶成長においては、結晶の下端の温度はシリコン溶液の融点に等しいとみなされ、その温度は一定であり、結晶及び融液の熱伝導率も一定である。それ故、引上速度を速くするためには固液界面における界面に垂直な方向の結晶の温度勾配 ( $\partial T_s / \partial z$ ) を大きくし、結晶の冷却を促進して結晶から放射される熱量を増加させればよいことが式(1)から明らかである。

【0005】 ところで、単結晶引上装置では、坩堝の外壁付近に設置したヒータから発する熱により坩堝内の多結晶原料を溶融し、単結晶の引上中も溶融液の温度が一定に保たれるように加熱を続けるので、融液の液面から上に露出している坩堝、及びヒータの輻射熱が単結晶の引上領域に輻射される。従って、このような高温環境下で単結晶の冷却を促進するためには上述の輻射熱を遮断する必要がある。

【0006】 輻射熱を遮断する単結晶引上装置として、筒状の熱遮蔽治具でヒータ、坩堝、及び融液と単結晶と

\* 置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、多結晶原料の溶融液の液面から上に露出している坩堝と成長中の単結晶との間に、ヒータ及び坩堝の輻射熱を遮断する熱遮蔽治具が配された単結晶引上装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 CZ法等の引上法を用いる単結晶引上装置においてシリコンインゴットの生産性を向上させるには単結晶の引上速度を速くすればよい。結晶の引上速度は結晶の凝固速度が上限であり、結晶の凝固速度は固液界面における熱流のバランスによって下式の如く求められる。なお、簡単のため半径方向の温度場は均一とする。

【0003】

【数 1】

$\lambda_s$  : 熱伝導率 (結晶)

$\lambda_f$  : 熱伝導率 (融液)

$T_s$  : 温度 (結晶)

$T_f$  : 温度 (融液)

$z$  : 界面に垂直な方向の位置

を遮断する装置が特公昭 57-40119 号公報に開示されており、図 5 はこの装置を簡略化した単結晶引上装置の要部構成を示す模式的断面図である。図中、21 は結晶の成長環境を外気から遮断するチャンバ 21 であって、チャンバ 21 は図示しない水冷機構により水冷されており、ほぼ中央に多結晶原料を溶融するための坩堝 11 が配されている。坩堝 11 は、溶融された溶融液 17 を保持する有底円筒状の石英製の内層容器 11a と、内層容器 11a が嵌合された有底円筒状の黒鉛製の外層容器 11b との二重構造である。坩堝 11 の外周に沿って、坩堝 11 との間に適宜距離を設けて抵抗加熱式のヒータ 12 が配されており、ヒータ 12 の外側には保温筒 22 が周設されている。坩堝 11 は、チャンバ 21 の底面外部のモータ (図示せず) に連設された支持軸 19 により支持され、支持軸 19 の回転方向に応じて回転しながら昇降する。

【0007】 チャンバ 21 の上方からは、図示しない巻取り機構により回転しながら昇降する引上軸 14 の下端

に固定された種結晶15が吊支されており、引上軸14を回転させて引き上げながら、種結晶15の先端から単結晶16を成長させていく。その間、単結晶16の成長とともに減少する熔融液17の液面を一定の高さに保つために支持軸19を回転させて坩堝11を上昇させる。

【0008】単結晶16と坩堝11との間には、融液の液面に向かって開口径が漸次小さくなる逆円錐形筒状の黒鉛製の熱遮蔽治具10が配されており、熱遮蔽治具10は坩堝11及びヒータ12から単結晶16への輻射熱を遮断し、単結晶16の冷却を促進する。熱遮蔽治具は黒鉛製が一般的であるが、その理由は、融点が1400℃程度の高温であるシリコンの多結晶原料の液面直上に配されるために最高で1300℃程度まで温度が上昇する熱遮蔽治具の材料としては、このような高温域における耐熱性を有し、安定な、モリブデン、タングステン等の高融点金属、セラミックス、黒鉛等が適しているが、これらの中で、黒鉛は加工性が良く、炉内への汚染の影響が少ない点で実用性に優れるからである。

【0009】また、ウエハの品質に大きく影響する酸化膜耐圧OSF (Oxidation-induced Stacking Fault: 酸化誘起積層欠陥) 密度等は、引上炉内での単結晶の熱履歴の影響を大きく受ける。特に、OSF密度に関しては1000℃以下の温度領域で急冷した場合に良い結果が得られることが実験的に分かっている。このような知見を基に1000℃以下の温度領域を急冷しようとする場合、従来では、最初に成長した上端の単結晶の温度が1000℃以下に下がった時点で引上速度を速めるか、又は単結晶の温度が1000℃以下になる引上高さから上のチャンパ内の環境温度を下げるような構造に引上炉を改造する以外に方法

【0010】

【発明が解決しようとする課題】しかし、熱遮蔽治具が黒鉛製の場合、黒鉛の表面輻射率が0.9程度と大きいので、ヒータ及び坩堝の輻射熱、熔融液等により加熱された熱遮蔽治具から単結晶に向けての輻射熱の熱量が大きく、充分な遮蔽効果が得られない。

【0011】また、前述のように、限られた温度領域を急冷するために、最初に成長した単結晶の温度がその温度領域に達した時点で引上速度を変更した場合、他の温度領域に影響を与えて他の不都合を惹起する可能性があり、また引上炉の改造には莫大な費用を要する。

【0012】本発明はこのような問題点を解決するためになされたものであって、加工性、炉内汚染等の観点から実用性に優れてはいるが熱輻射率の大きい母材を、母材より熱輻射率が小さい素材で被覆した多層構造の熱遮蔽治具を単結晶と坩堝との間に配設することにより、単結晶への坩堝及びヒータの輻射熱の遮断効果を上げて単結晶の冷却の促進による引上速度の向上を可能として単結晶の生産性を向上させる単結晶引上装置の提供を目的

とする。

【0013】また、本発明は、母材より熱輻射率が小さい素材で、急冷すべき温度領域にある単結晶の高さ位置に対応する母材の一部を被覆した2層あるいは3層構造の熱遮蔽治具を単結晶と坩堝との間に配設することにより、急冷すべき温度領域を選択的に急冷して急冷による他の温度領域への悪影響を回避し、単結晶の品質を向上させる単結晶引上装置の提供を目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】第1発明の単結晶引上装置は、坩堝をその外壁からヒータで加熱して坩堝内の多結晶原料を熔融し、引上軸に固定した種結晶の先端を多結晶原料の熔融液に浸して引上軸を回転させて引き上げながら種結晶の下端に単結晶を成長させるとともに、単結晶と、熔融液の液面から上に露出している坩堝との間に、単結晶へのヒータ及び坩堝からの輻射熱を遮断する熱遮蔽治具が配されてなる単結晶引上装置において、前記熱遮蔽治具は、前記輻射熱の温度域における耐熱性を有する第1の素材が、第1の素材より輻射率が小さい第2の素材により被覆されている層構造であることを特徴とする。

【0015】第2発明の単結晶引上装置は、第1発明の熱遮蔽治具が第1の素材を第2の素材で被覆した2層構造であり、第2の素材の層が単結晶に面して配されてなることを特徴とする。

【0016】第3発明の単結晶引上装置は、第2発明の2層構造が、急冷すべき単結晶の高さ位置に面して配される第1の素材の一部を第2の素材により被覆した構造であることを特徴とする。

【0017】

【作用】第1及び第2発明の単結晶引上装置は、単結晶と坩堝との間に、坩堝及びヒータの輻射熱の温度域における耐熱性を有する第1の素材が、輻射熱の温度域における耐熱性を有するとともに、第1の素材より輻射率が小さい第2の素材により被覆されている多層構造の熱遮蔽治具を配し、単結晶へのヒータ及び坩堝の輻射熱の遮断効果を上げる。また、第1発明の単結晶引上装置は、第2発明のような2層構造以外に、第1の素材の単結晶に面する側と反対側との両側を第2の素材で被覆した3層構造にした場合、第1の素材の熱吸収を抑制できて熱を有効に遮断できる。要求される品質を持つ単結晶を成長させるには、第1発明の熱遮蔽治具では冷却能が高すぎる場合がある。その際には第2発明が有効である。

【0018】第3発明の単結晶引上装置は、輻射率が相対的に小さい第2の素材で被覆した部分が、急冷すべき単結晶の高さ位置に面するように配されることで、空冷すべき温度領域が選択的に急冷されるとともに、急冷が他の温度領域に与える悪影響が回避されて単結晶の品質が向上する。

【0019】

【実施例】以下、本発明をその実施例を示す図に基づいて説明する。図1は本発明の単結晶引上装置の一実施例の要部構成を示す模式的断面図である。図中、21は結晶の成長環境を外気から遮断するチャンバ21であって、チャンバ21は図示しない水冷機構により水冷されており、ほぼ中央に多結晶原料を溶融するための坩堝11が配されている。坩堝11は、溶融された熔融液17を保持する有底円筒状の石英製の内層容器11aと、内層容器11aが嵌合された有底円筒状の黒鉛製の外層容器11bとの二重構造である。坩堝11の外周に沿って、坩堝11との間に適宜距離を設けて抵抗加熱式のヒータ12が配されており、ヒータ12の外側には保温筒22が周設されている。坩堝11は、チャンバ21の底面外部のモータ（図示せず）に建設された支持軸19により支持され、支持軸19の回転方向に応じて回転しながら昇降する。

【0020】チャンバ21の上方からは、図示しない巻取り機構により回転しながら昇降する引上軸14の下端に固定された種結晶15が吊支されており、引上軸14を回転させて引き上げながら、種結晶15の先端から単結晶16を成長させていく。その間、単結晶16の成長とともに減少する熔融液17の液面を一定の高さに保つために支持軸19を回転させて坩堝11を上昇させる。

【0021】単結晶16と坩堝11の間には、融液の液面に向かって開口径が漸次小さくなる逆円錐形筒状の多層構造の熱遮蔽治具1が配されており、熱遮蔽治具1は坩堝11及びヒータ12から単結晶16への輻射熱を遮断し、単結晶16の冷却を促進する。熱遮蔽治具1は、その融点が1400℃程度であるシリコンの熔融液直上の高温域における耐熱性を有する黒鉛製（輻射率0.9）の母材1a（前記第1の素材）と、同様の耐熱性を有しながら熱輻射率が母材1aより小さい（輻射率0.3）石英製の被覆材1b（前記第2の素材）との2層構造になっている。被覆材1bに用いた石英は加工性に優れ、また純度が高いため炉内を汚染することがない。

【0022】以上のような構成の本発明の単結晶成長装置を用いて溶融層法によりシリコンの単結晶16を成長させた場合の具体例について説明する。坩堝11内にシリコンの多結晶原料65Kg（ランプ35Kg、顆粒30Kg）を充填し、これにN型ドーパントとしてリン・シリコン合金0.6gを添加し、チャンバ21内を10 Torrのアルゴン雰囲気にして多結晶原料を全融した後、種結晶15の下端を熔融液17に浸漬し、坩堝11を回転数1rpmで、また引上軸14を回転数10rpmで坩堝11と逆方向にそれぞれ回転させつつ、結晶径6インチ、長さ1.2mの種結晶16を引き上げる。

【0023】この黒鉛製の母材1aの一方の面の全面を石英製の被覆材1bで被覆した熱遮蔽治具1の場合、1.2mm/minの引上速度で単結晶を成長させるこ

とができた。黒鉛単体からなる熱遮蔽治具を用いた従来の単結晶引上装置の場合、引上速度は0.8mm/minであったので、本発明の単結晶引上装置により引上速度を50%高速化することができた。

【0024】図2は本発明の単結晶引上装置の他の実施例の要部構成を示す模式的断面図である。本実施例では黒鉛製の母材1a（第1の素材）の2/3が石英製の被覆材1b（第2の素材）で覆われた2層構造の熱遮蔽治具1を用い、熱遮蔽治具1は、被覆材1bで覆った部分が単結晶16の1000℃以下の温度領域の位置に面するように配設されている。

【0025】図3は図2に示す構成の単結晶引上装置を用いて引き上げた単結晶の成長中の温度分布（実線で示す）を、図5に示す従来装置により引き上げた単結晶の温度分布（破線で示す）と比較して示したグラフであって、縦軸は結晶温度、横軸は融液表面からの距離を示す。グラフから明らかなように、母材1aの上側2/3を石英製の被覆材1bで覆った熱遮蔽治具1を用いた本発明装置の単結晶は、1000℃の温度領域が選択的に急冷されている。即ち、母材1aを部分的に被覆材1bで覆うことにより、単結晶の温度分布を変更することができる。

【0026】なお、本実施例では熱遮蔽治具1の構造が、母材1aを黒鉛製、被覆材1bを石英製とした場合について説明したが、母材1a及び被覆材1bの素材はこれに限らず、例えば母材1aとしてはセラミックス、被覆材1bとしてはモリブデンを用いてもよい。

【0027】また、本実施例では熱遮蔽治具1が2層構造の場合について説明したが、図4に示すように、石英/黒鉛/石英、モリブデン/セラミックス/モリブデン等の多層構造であってもよい。このように、母材1aの単結晶16に面する側とその反対側の両側を被覆材1bで覆うことにより、単結晶16に面する側のみを覆った場合よりも熱遮蔽治具1が吸収する輻射熱を低減し、輻射熱の遮断効果をより向上させる。

【0028】

【発明の効果】以上のように、本発明の単結晶引上装置は、加工性、炉内汚染等の観点から実用性に優れてはいるが熱輻射率の大きい母材を、母材より熱輻射率が小さい素材で被覆した多層構造の熱遮蔽治具を単結晶と坩堝との間に配設するので、単結晶への坩堝及びヒータの輻射熱の遮断効果を上げて単結晶の冷却の促進による引上速度の向上を可能として単結晶の生産性を向上させるといった優れた効果を奏する。

【0029】また、本発明の単結晶引上装置は、母材より熱輻射率が小さい素材で、急冷すべき温度領域にある単結晶の高さ位置に対応する母材の一部を被覆した2層構造の熱遮蔽治具を単結晶と坩堝との間に配設するので、急冷すべき温度領域を選択的に急冷して急冷による他の温度領域への悪影響を回避し、単結晶の品質を向上

7

させるといった優れた効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の単結晶引上装置の一実施例の構成を示す模式的断面図である。

【図 2】 本発明の単結晶引上装置の他の実施例の構成を示す模式的断面図である。

【図 3】 図 2 に示す本発明の単結晶引上装置により成長させた単結晶の温度分布を従来の単結晶引上装置により成長させた単結晶の温度分布と比較して示したグラフである。

【図 4】 本発明の単結晶引上装置のさらに他の実施例の構成を示す模式的断面図である。

【図 5】 熱遮蔽治具を備えた従来の単結晶引上装置の構

8

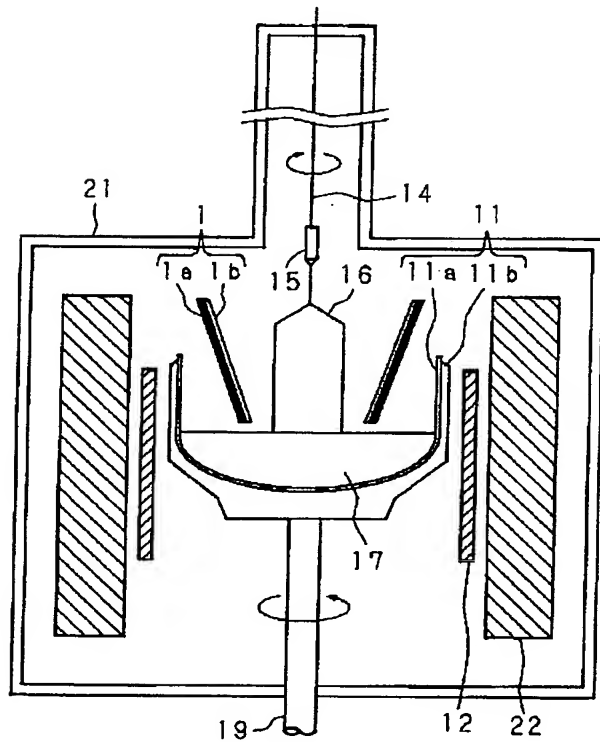
成を示す模式的断面図である。

【符号の説明】

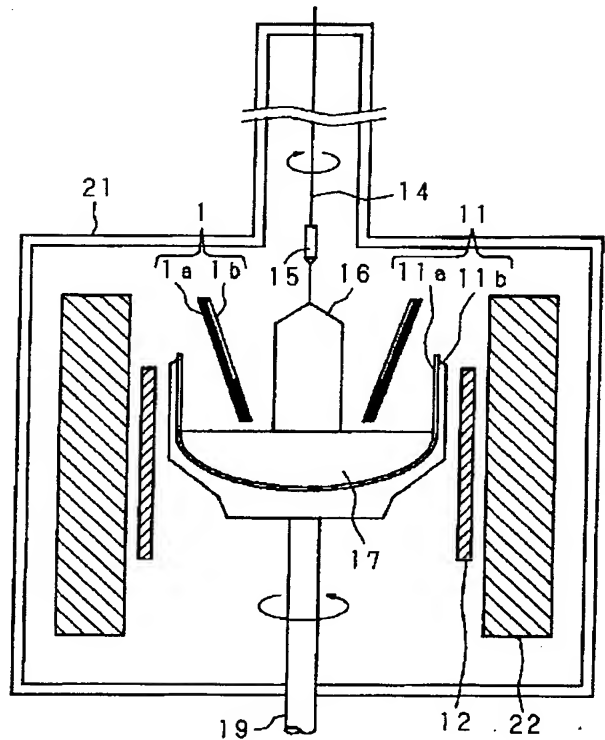
- 1 熱遮蔽治具
- 1 a 母材
- 1 b 被覆材
- 11 坩堝
- 11 a 内層容器
- 11 b 外層容器
- 12 ヒータ
- 14 引上軸
- 15 種結晶
- 16 単結晶
- 17 熔融液

10

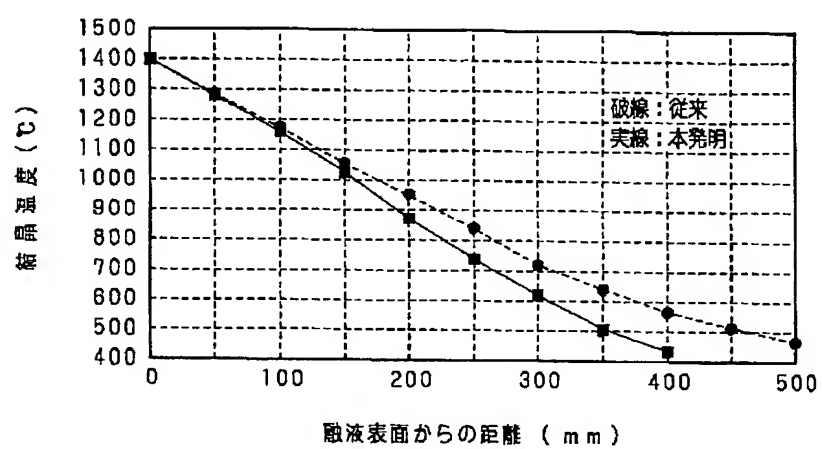
【図 1】



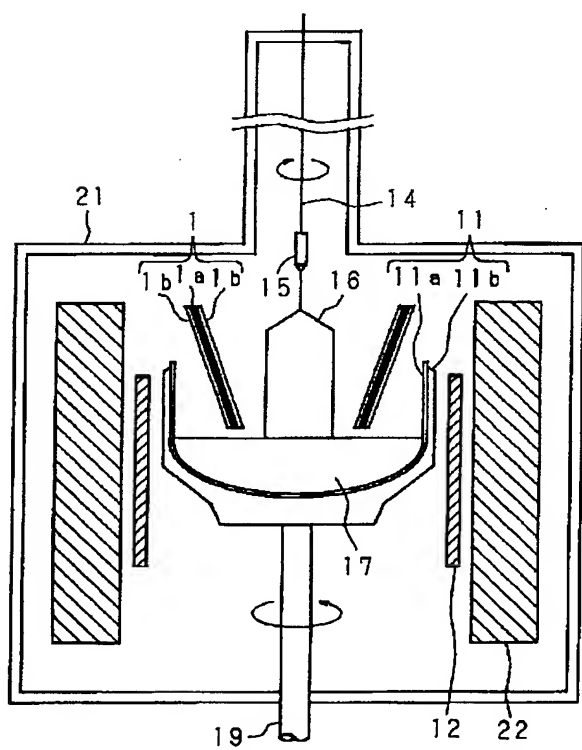
【図 2】



【図3】



【図4】



【図5】

